رقم ٣ ـ ١٩٥٧/١٢

جمعية المهندسين المصرية

٢٨ شارع رمسيس بالقاهرة ـ تأسست فى ٣ ديسمبر سنة ١٩٢٠

مواصفات

الطرق القياسية

لعمليات التحليل الكيميائى الخاصة بالحراريات

الثمن ١٠٠ مليم

مطبعة الاعتماد بمصر

ESEN-CPS-BK-0000000329-ESE

00426416

رقم ٣ ـ ١٢/١٩٥٧

جمعية المهندسين المصرية

٢٨ شارع رمسيس بالقاهرة ـ تأسست فى ٣ ديسمبر سنة ١٩٢٠

مواصفات

الطرق القياسية

لعمليات التحليل الكيميائى الخاصة بالحراريات

مطبعة الاعتماد بمصر

السادة أعضاء لجنة مواصفات مواد البناء فى فترة عام ١٩٥٥ — ١٩٥٦ :

محمد عزيز كمال

أستاذ المواد سابقا بكلية الهندسة (جامعة القاهرة)

محمد خالد سعد الدين

نائب مدير عام مصلحة المبانى بوزارة الشئون البلدية والقروية

محمد محمود ابراهيم

رئيس قسم التعدين بكلية الهندسة (جامعة القاهرة)

مصطفى السعيد

أستاذ المواد بكلية الهندسة (جامعة عين شمس)

حسن البهتيمى

مدير شركة مصر للمناجم والمحاجر

محمد محمد عرفى

اخصائى الكيمياء الصناعية بكلية الهندسة (جامعة القاهرة)

جمال جاد

اخصائى الحراريات والخزف بالمركز القومى للبحوث

جمعية المهندسين المصرية
لجنة مواصفات مواد البناء

الطرق القياسية لعمليات التحليل الكيميائى

الخاصة بالحراريات

يتبع لإجراء عمليات التحليل الكيميائى الخاصة بالحراريات المواصفات والطرق القياسية الآتية :

١ — طريقة أخذ العينات :

أولا — للطوب والقطع الحرارية .

يؤخذ على الأقل ثلاث طوبات أو ثلاث قطع حرارية تمثل بقدر الامكان الكميات الموردة وتكسر كل طوبة أو قطعة إلى نصفين ويطحن نصف من كل على حدة ليمر جميعه من منخل مقاس فتحته ٢,٨٣ ملم (كالمنخل القياسى رقم ٧ BS أو ما يماثله) ثم يخلط الناتج من عملية النخل ويكوم على شكل مخروط (كوم) ثم يقسم إلى أربعة أقسام متساوية ما أمكن يختار منها قسمان متقابلان ويخلطان ثانية ويعمل منهما كوم جديد يقسم مرة أخرى إلى أربعة أقسام يؤخذ منها قسمان متقابلان وتكرر هذه العملية إلى أن يصبح مجموع وزن قسمين متقابلين ٢٠٠ جم تقريبا ثم يصحن المقدار المختار إلى أن يمر جميعه من منخل سعة فتحته ٠,٥٩ ملم (كالمنخل القياسى رقم ٣٠ B.S أو ما يماثله) .

ثانيا : للحراريات المطحونة :

تؤخذ من الحراريات المطحونة كمية قدرها ٦ كجم لتمثل الكمية الموردة وتجرى لها عملية التجزئة التى سبق شرحها فى طريقة أخذ عينات الطوب والقطع الحرارية للحصول على ما مقداره ١ كجم ويطحن هذا المقدار ليمر بجميعه من منخل سعة فتحته ٢,٨٣ ملم ثم يقسم بنفس الطريقة السابق شرحها للحصول على كمية قدرها ٢٠٠ جم تصحن بعدئذ لتمر بتمامها من منخل سعة فتحته ٠,٥٩ ملم .

٢ — المواد الكيميائية المستعملة فى التحليل .

يجب أن تكون جميع المواد والمحاليل المستخدمة فى عملية التحليل الكيميائى للحراريات مواد نقية تامة النقاء وخاصة باجراء التحاليل الكيميائية كما يجب أن يكون الماء المستعمل ماء مقطرا .

٣ — طريقة التحليل وتشمل : —

أولا : تقدير كمية الرطوبة :

يسخن ما مقداره من ٥ إلى ١٠ جرامات من المادة المجففة فى الهواء (المادة التى تكون قد مرت من منخل مقاس ١١٠ عينا (٠,١٢٥ ملم) فى فرن التجفيف عند حرارة ١١٠°م إلى أن يثبت الوزن ويمثل الفرق بين الوزنين مقدار الرطوبة فى العينة . وتقدر الرطوبة مئويا بالنسبة للوزن الجاف .

ثانيا : تقدير الفقد فى الوزن بالتسخين :

يسخن جرام واحد من العينة المسحوقة المجففة (التى سبق تجفيفها فى فرن التجفيف عند حرارة ١١٠°م) فى بوتقة من البلاتين إلى ١٠٠٠°م بزيادة أو نقص مقداره ٢٥°م إلى أن يثبت وزن العينة . ويراعى أن يكون تسخين العينة فى جو مؤكسد (أى تكون العينة على اتصال مباشر بالهواء) ويكفى عادة لعملية الحريق هذه حوالى ٣٠ دقيقة ثم يسجل الفقد فى الوزن منفصلا عن نتائج التحليل تحت عنوان : « الفقد فى الوزن عند التسخين » ويقدر مئويا بالنسبة لوزن العينة المجففة عند ١١٠°م .

ويتغير الفقد فى الوزن بالتسخين حسب طبيعة العينة فقد يحتوى على نقص فى الوزن يرجع سببه إلى وجود مواد كربونية فى العينة أو إلى زيادة فى الوزن يرجع سببها إلى أكسدة مركبات حديدية موجودة بالعينة

ثالثا : تقدير السيليكا وأكاسيد الحديد والألمنيوم والتيتينيوم والكالسيوم والمغنسيوم .

(ا) صهر العينة :

يصهر جرام واحد من العينة المجففة عند ١١٠°م والمسحوقة سحقا ناعما مع ٧ جم من كربونات الصوديوم اللامائية فى بوتقة من البلاتين ذات غطاء . وترفع درجة الحرارة تدريجيا إلى أن تزول الرغوة المتكونة من جراء التسخين ثم يستمر فى عملية الصهر إلى أن تتم وذلك برفع درجة الحرارة إلى ١٠٠٠°م لمدة ثلاثين دقيقة مع مراعاة تحريك البوتقة تحريكا خفيفا من آن لآخر لضمان الخلط الجيد أثناء عملية الانصهار ثم

تبرد البوتقة بمحتوياتها لجأة وذلك بغمر نصفها الأسفل فى وعاء به ماء بارد ثم توضع بوتقة البلاتين وغطاؤها فى جفنة من البلاتين أو من الصينى بها ١٠٠ سم^{٣} من الماء المقطر الساخن ثم تغطى الجفنة بزجاجة ساعة وتضاف بضع قطرات من الكحول النقى ثم يضاف تدريجيا ٣٠ سم^{٣} من حمض الهيدروكلوريك (وزنه النوعى ١,١٦) وتدفأ الجفنة حتى يمكن ازالة المادة المنصهرة من البوتقة ومن غطائها تماما ثم تغسل البوتقة وغطاؤها بالماء المقطر الساخن جيدا إلى أن يزول تماما ما قد يكون عالقا بهما من المادة المنصهرة ويستخدم فى عملية الازالة هذه قضيب من الزجاج مغطى رأسه بقطعة من المطاط ثم تفتت أية قطعة من العينة لم يتم ذوبانها فى المحلول .

(ب) تقدير السيليكا .

يبخر المحلول الناتج من المادة المنصهرة حتى الجفاف على حمام ساخن. ومما يسهل عملية التجفيف التام تكسير القشرة التى تتكون على سطح المحلول أثناء التبخير من آن لآخر وعندما يتم التجفيف تغطى الجفنة بزجاجة ساعة وتبلل محتويات الجفنــــة بمقدار ٢٠ سم^{٣} من حمض الهيدروكلوريك (وزنه النوعى ١,١٦) وتترك لبضع دقائق ثم يضاف مقدار ٧٥ سم^{٣} من الماء الساخن حتى تذوب جميع الأملاح ثم تسخن الجفنة على حمام مائى لمدة ٥ دقائق ويرشح بعدها المحلول (ويستخدم فى عملية الترشيح هذه ورق ترشيح وانمان رقم ٤١ أو ما يماثله) ويتم نقل السيليكا إلى ورقة الترشيح باستخدام ماء ساخن دافق وليس من الضرورى

حك الجفنة بالقضيب الزجاجى ثم يغسل الراسب ٥ مرات بحمض الهيدروكلوريك المخفف (١ : ٩٩) ويتبع ذلك بماء ساخن إلى أن يصبح ماء الغسل خاليا من آثار الحمض (ويتحقق ذلك بالاختبار الخاص الكشف عن الكلوريدات) . ويحتفظ بعد ذلك بورقة الترشيح المحتوية على الراسب لعملية الحرق التالية ثم يرد الرشيح إلى الجفنة مرة ثانية ويعاد تبخيره حتى الجفاف وتغطى الجفنة بزجاجة ساعة ثم توضع فى فرن التجفيف الهوائى لمدة ساعة عند ١١٠° م ثم تترك لتبرد وتبلل محتويات الجفنة بعد ذلك بحوالى ٢٠ سم٣ من حمض الهيدروكلوريك (وزنه النوعى ١,١٦) وتترك لبضع دقائق ثم يضاف مقدار ٧٥سم٣ من الماء الساخن وترفع الجفنة على حمام مائى لمدة ٥ دقائق ثم ترشح محتويات الجفنة (باستخدام ورق ترشيح واتمان رقم ٤٠ أو ما يماثله) وذلك بنقلها إلى ورقة الترشيح باستخدام الماء الساخن الدافق مع حك الجفنة بقطعة من المطاط مركبة على قضيب من الزجاج ثم يغسل الراسب خمس مرات بحمض الهيدروكلوريك المخفف (١:٩٩) وبعد ذلك بالماء الساخن إلى أن يصبح ماء الغسل خاليـاً من آثار الحمض ويحتفظ بالرشيح وناتج عمليات الغسل لتقدير كمية أكاسيد الحديد والألمنيوم والتيتينيوم الخ . .

وتوضع ورقتا الترشيح المحتويتان على الراسبين دون تجفيف فى بوتقة من البلاتين معلوم وزنها ثم تسخن البوتقة بحرص لتجفيف الراسب وتفحيم ورقتى الترشيح ثم تحرق الورقتان برفع درجة حرارة التسخين

إلى أن تطرد مادة الكربون وترفع درجة الحرارة تدريجيا إلى أن يتم حرق الراسب عند حرارة قدرها ١٠٥٠° م لمدة ثلاثين دقيقة وإلى أن يثبت وزن الراسب ثم تترك البوتقة لتبرد فى مجفف وتوزن بعد ذلك لتعيين وزن السيليكا (غير النقية) ثم تبلل السيليكا المحروقة ببضع قطرات من حمض الكبريتيك المخفف (١ : ١) ويضاف أليها حوالى ١٠ سم³ من حمض الهيدروفلوريك وتبخر ببطء حتى الجفاف على حمام رملى أو ما يماثله (ويجب أن يجرى ذلك فى دولاب الأبخرة) ثم تحرق البوتقة بما تبقى بها عند ١٠٥٠° م لمدة ٥ دقائق ثم تترك لتبرد وتوزن بعدئذ ويطرح وزن المتبقى بها من وزن السيليكا غير النقية لتحديد وزن السيليكا الموجودة فى العينة المختبرة وإذا زاد وزن المتخلف من هذه العملية عن ٥ ميلليجرامات تعاد عملية اضافة حمض الكبريتيك وحمض الهيدروفلوريك للتأكد من تمام التخلص من السيليكا .

ويصهر المتخلف فى بوتقة البلاتين مع كمية من كربونات الصوديوم اللامائية ثم تذاب المادة المنصهرة بعد تبريدها فى حمض الهيدروكلوريك المخفف (١ : ١) ويضاف المحلول الناتج إلى الرشيح المحتفظ به لتعيين أكاسيد الحديد والألومنيوم والتيتينيوم الخ .،

(ج) تقدير أكاسيد الحديد والألومنيوم والتيتينيوم .

وللعمل بكل دقة تجب ازالة البلاتين المذاب من المحاليل المجمعة المحتوية على أكاسيد الحديد والألومنيوم والتيتينيوم فيرسب البلاتين بتمرير كبريتور الهيدروجين فى المحلول ثم يرشح ويغلى الرشيح لطرد

كبريتور الهيدروجين ثم يؤكسد الحديد ثانية باضافة ماء البروم ثم يغلى المحلول لطرد البروم .

ويضاف إلى المحلول (الذى يكون مقداره ٣٠٠ سم^{٣} تقريبا) ما بين جرامين وثلاثة من كلوريد الأمونيوم الصلب ويسخن المحلول إلى ٨٠°م تقريبا ثم تضاف الامونيا المخففة (١ : ١) مع التقليب إلى أن يبدو أن الترسيب قد تم ويجعل المحلول قلويا — ويعرف ذلك باختباره بأحمر الميثيل — ثم يغلى المحلول القلوى لمدة دقيقتين ويترك لمدة خمس دقائق كى يركز الراسب ثم يرشح على ورق ترشيح واتمان رقم ٤١ أو ما يماثله وينقل الراسب جميعه إلى ورقة الترشيح ويغسل خمس مرات بمحلول نشادرى من نترات الأمونيوم (١٪) ويحتفظ بالرشيح ومياه الغسل ويعاد الراسب ثانية إلى كأس الترسيب وتبلل ورقة الترشيح بقليل من حمض الهيدروكلوريك المخفف الساخن (١ : ١) وتغسل بالماء وتضاف مياه الغسل هذه إلى كأس الترسيب كما يحتفظ بورقة الترشيح لحرقها فيما بعد ثم يذاب المتبقى فى حمض الهيدروكلوريك مع مراعاة أن تكون زيادة الحمض طفيفة ثم يضاف جرام من كلوريد الأمونيوم الصلب ويخفف المحلول إلى ٣٠٠ سم^{٣} بالماء وتعاد عملية الترسيب كما سبق شرحه وبعد أن يتم الترسيب تضاف إلى الراسب لبابة من ورق الترشيح أو أية مادة مساعدة على الترشيح ويقلب الراسب بشدة ثم يرشح على ورق ترشيح واتمان رقم ٤١ أو ما يماثله ويغسل الراسب للتخلص من الكلوريدات بمحلول نشادرى من نترات الأمونيوم (١ ٪) ويضاف

الرشيح ومياه الغسل إلى المحلول المحتفظ به كما يحتفظ بالراسب وورق الترشيح للحرق . ثم يضاف إلى المحاليل المرشحة المجمعة حمض الهيدروكلوريك إلى أن تصبح حمضية وتبخر إلى أن يصبح حجمها نحو ١٥٠ سم٣ وتجعل قلوية تماما باضافة أمونيا مخففة (١ : ١) اليها ويختبر ذلك بوساطة أحمر الميثيل . وإذا ظهر أى راسب فعندئذ يجب ترشيحه وترسيبه ثانية وغسله كما وصف فيما سبق ويحتفظ بورقة الترشيح للحرق . ويضاف حمض الهيدروكلوريك بعدئذ إلى المحلول أو الرشيح ومياه الغسل إلى أن تصبح حمضية ويحتفظ بالمحلول لتقدير أوكسيد الكالسيوم وأوكسيد المغنسيوم .

وتوضع الرواسب وأوراق الترشيح المحتفظ بها للحرق فى بوتقة من البلاتين معروفة الوزن ويسخن أولا ببطء لتجفيف الرواسب ولتفحيم ورق الترشيح ثم يحرق الكربون وما يتبقى عند ١٠٥٠°م إلى أن يثبت الوزن ويحصل هكذا على وزن لأكاسيد الحديد والألمنيوم والتيتينيوم مجتمعة . ثم تصهر هذه الأكاسيد بعد وزنها فى نفس بوتقة البلاتين مع ٦ جم تقريبا من بيروكبريتات البوتاسيوم الخالية من الحديد ثم تبرد البوتقة وتستخلص المادة المنصهرة فى كأس مع ١٥٠ سم٣ من الماء ونحو ٥ سم٣ من حمض الكبريتيك (وزنه النوعى ١,٨٤) . هذا وللعمل بدقة فأنه قد يتحصل على أية سيليكا ذائبة بتبخير المحلول إلى أن تظهر أبخرة حمض الكبريتيك ثم يخفف المحلول بالماء ويرشح ويحرق

المتبقى ويعالج بحمض الهيدروفلوريك وحمض الكبريتيك للحصول على السيليكا المستخلصة ويضاف وزن هذه السيليكا إلى وزن السيليكا الذى حصل عليه من قبل ويراعى خصم وزن السيليكا المستخلصة من وزن أكاسيد الحديد والألمنيوم والتيتينيوم المختلطة .

ويخفف المحلول الناتج من المادة المنصهرة مع البيروكبريتات أو الرشيح الناتج من استخـــلاص السيليكا إلى ٢٥٠ سم٣ تماما فى قنينة مدرجة وسيشار إلى هذا المحلول فى هذه المواصفة بأنه « المحلول الاحتياطى » .

يقدر الحديد بطريقة قياس اللون باستخدام حمض الثايوجليكوليك إذا لم يزد أوكسيد الحديد عن ١ ٪ وبالطريقة العيارية إذا زاد مقداره عن ١ ٪ .

طريقة حمض الثايوجليكوليك :

يؤخذ من المحلول الاحتياطى ١٠ سم٣ تخفف بالماء فى قنينة مدرجة إلى ٢٥٠ سم٣ وذلك للحصول على « محلول الاختبار » ثم تملأ سحاحة بمحلول قياسى للحديد (١ سم٣ = ٠,٠٠٥ ملليجرام من أوكسيد الحديد ح٢ أ٣) وتملأ سحاحة أخرى بالماء المقطر ويستخدم زوج من مخابير « نسلر » حجم كل منهما ١٠٠ سم٣ ثم يضاف ١٠ سم٣ من الماء إلى ١٠ سم٣ من محلول حمض الطرطريك (١٠ ٪) فى مخبار نسلر رقم «١»

كما يضاف ١٠ سم^{٣} من محلول الاختبار إلى ١٠ سم^{٣} من حمض الطرطريك (١٠٪) فى مخبار نسلر رقم «ب» ويخفف كل من المحلولين إلى ٥٠ سم^{٣} بالماء ويضاف ٠٫٣ سم^{٣} من حمض الثايوجليكوليك ويتبع ذلك بإضافة ٥ سم^{٣} من الأمونيا المخففة (١ : ١) إلى محتويات كل من مخبارى نسلر ثم تقلب المحاليل وبعد ٥ دقائق يضاف محلول الحديد القياسى ببطء من السحاحة إلى مخبار نسلر رقم «ا» كما يضاف مقدار مساو من الماء إلى مخبار نسلر رقم «ب» مع مراعاة التقليب إلى أن يتفق اللونان مع بعضهما عند النظر إلى الزجاجتين وهما فى وضع رأسى .

وحيث أن مقدار الحديد الموجود فى ١٠ سم^{٣} من محلول الاختبار مساو لمقدار الحديد الموجود فى حجم محلول الحديد القياسى المضاف فيمكن بذلك تقدير كمية أوكسيد الحديد فى العينة .

طريقة المحاليل العيارية :

يخفف المحلول الاحتياطى إلى ٣٥٠ سم^{٣} تقريبا ويسخن تماما إلى درجة الغليان ثم يبعد عن مصدر الحرارة ويمرر فيه تيار من غاز كبريتور الهيدروجين لمدة ١٥ دقيقة ثم يعاد تسخين المحلول إلى ٦٠°م حيث يبقى عند هذه الدرجة لمدة ٥ دقائق ثم يرشح بطريقة السحب فوق طبقة من لباب ورق الترشيح لأزالة كبريتور البلاتين وتغسل القنينة والراسب جيدا بمحلول كبريتور الهيدروجين ثم يسخن الرشيح ثانية حتى درجة الغليان ويمرر فيه تيار من غاز كبريتور الهيدروجين لمدة ٥ دقائق أخرى

ويضاف ١٠ سم٣ من حمض الكبريتيك المخفف (١:١) ويغلى فى قنينة مركب عليها « صمام بنزن » إلى أن يطرد كبريتور الهيدروجين (ويختبر ذلك بورق خلات الرصاص) ويستمر فى الغليان لمدة ١٠ دقائق أخرى ثم تبرد القنينة دون نزع « صمام بنزن » ويعاير بعد ذلك المحلول بمحلول قياسى من برمنجانات البوتاسيوم (٠,٠٢ ع) .

ويبخر المحلول المعاير إلى أن يصبح حجمه ١٥٠ سم٣ تقريبا ثم يخفف بالماء إلى أن يصبح حجمه ٢٥٠ سم٣ تماما وذلك للحصول على « محلول الاختبار » اللازم لتعيين أوكسيد التيتينيوم .

(ﻫ) تقدير أوكسيد التيتينيوم .

يقدر أوكسيد التيتينيوم بطريقـــة قياس اللون باستخدام فوق أوكسيد الهيدروجين .

تملأ سحاحة بمحلول قياسى من التيتينيوم (١ سم٣ = ٠,١ ملليجرام من أوكسيد التيتينيوم) كما تملأ سحاحة أخرى بالماء ويستخدم زوج من مخابير نسلر سعة كل منهما ١٠٠ سم٣ ويوضع فى مخبار نسلر رقم «١» مقدار ٥٠ سم٣ من المحلول الاحتياطى ويوضع ١٠ سم٣ من حمض الكبريتيك (١ : ٩) ومقدار ٤٠ سم٣ من الماء فى مخبار نسلر رقم «ب» إذا كان الحديد قد عين بطريقة قياس اللون وإلا فيوضع ٢٠ سم٣ من حمض الكبريتيك المخفف (١ : ٩) ومقدار ٣٠ سم٣ من الماء فى مخبار نسلر رقم «ب» إذا كان الحديد قد قدر بطريقة المعايرة ثم يضاف مقـــدار ١٠ سم٣ من فوق أوكسيد الهيدروجين (قوته = ٢٠ حجما) إلى

محتويات كل من مخبارى نسلوثم تقلب المحاليل ويضاف ببطء محلول التيتينيوم القياسى من السحاحة إلى مخبار نسلر رقم «ا» ومقدار حجم مساو من الماء إلىمخبار نسلررقم «ب» مع التقليب إلى أن يتفق اللونان مع بعضهما عنـد النظر إلى الزجاجتين وهما فى وضع رأسى .

وحيث أن كمية أوكسيد التيتينيوم الموجودة فى ٥٠سم٣ من محلول الاختبار المستعمل تساوى كمية أوكسيد التيتينيوم الموجودة فى محلول التيتينيوم القياسى فيمكن بذلك تقدير كمية أوكسيد التيتينيوم الموجود فى العينة .

(و) تعيين أوكسيد الألمنيوم .

يطرح مقدار وزنى أوكسيد الحديد وأوكسيد التيتينيوم من وزن الأكاسيد المختلطة الناتجة منعملية الترسيب بالأمونيا للحصول علىوزن أوكسيد الألمنيوم فى العينة وقد يحوى هذا الوزن كذلك أية فوسفات فى العينة وإذا أريد تقديرهـا فانه يجب اجراء ذلك على عينة منفصلة وفقا لإحدى الطرق القياسية .

(ز) تقدير أوكسيد الكلسيوم .

يجعل حجم المحاول المحتفظ به لتقدير أوكسيد الكلسيوم٢٥٠سم٣ تقريبا ثم يضاف اليه جرام واحدمن أوكسالات الأمونيوم ويغلى بعد ذلك وتضاف اليه الأمونيا المخففة (١:١) مع مراعاة التقليب إلى أن يصبح المحلول قلويا ثم يضاف ١٠ سم٣ من الأمونيا المخففة (١ : ١)

ويغطى الكأس بزجاجة ساعة ويوضع على حمام مائى لمدة ساعتين ويترك ليبرد ومن المفضل تركه لليوم التالى ثم يرشح على ورق ترشيح واتمان رقم ٤٠ أو مايماثله ويغسل الراسب ٤ مرات بمحلول بارد من أوكسالات الأمونيوم (٠,١ ٪) ويحتفظ بالرشيح ومياه الغسل لتقدير أوكسيد المغنسيوم ثم يرد الراسب ثانية إلى كأس الترسيب وتبلل ورقة الترشيح بحمض النتريك المخفف (١ : ١) وتغسل جيدا بالماء الساخن وتجمع مياه الغسل فى كأس الترسيب ويحتفظ بورقة الترشيح للحرق ويذاب الراسب فى حمض النتريك المخفف الساخن (١ : ١) ويخفف المحلول إلى ٨٠ سم^{٣} تقريبا ويضاف مقدار ٠,٢ جم من أوكسالات الأمونيوم الصلبة ويغلى المحلول ثم ترسب أوكسالات الكلسيوم كما سبق شرحه وتترك لتبرد وتتركز مدة ٣ ساعات على الأقل ثم ترشح الأوكسالات على ورق ترشيح واتمان رقم ٤٠ أو ما يماثله ويغسل الراسب جيدا بمحلول بارد من أوكسالات الأمونيوم (٠,١ ٪) ويضاف الرشيح ومياه الغسل إلى المحلول المحتفظ به لتقدير أوكسيد المغنسيوم ويجعل المحلول حمضيا باضافة حمض الهيدروكلوريك (وزنه النوعى ١,١٦) أليه . ثم تحرق أوراق الترشيح بالراسب بكل احتراس فى بوتقة من البلاتين معلوم وزنها ويكون الحرق أولا ببطء كى يحترق الكربون تماما ثم إلى ١٠٥٠° م لمدة ١٥ دقيقة وإلى أن يثبت الوزن وتترك البوتقة بمحتوياتها لتبرد بعد ذلك فى مجفف ثم توزن بسرعة لتعيين وزن أوكسيد الكلسيوم .

ملحوظة : يراعى وضع البوتقة بمحتوياتها فى مجفف جيد نظرا لقابلية أوكسيد الكلسيوم لامتصاص الماء .

(ح) تقدير أوكسيد المغنسيوم .

يبخر المحلول المحمض المحتفظ به لتقدير أوكسيد المغنسيوم إلى أن يصبح حجمه ٣٠٠ سم٣ تقريبا ويضاف إليه بعد أن يبرد ١٠ سم٣ من محلول حديث التحضير من فوسفات الاموتيوم (١٠ ٪) ثم يجعل المحلول البارد قلويا بإضافة محلول الأمونيا (وزنها النوعى ٠,٨٨٠) ويقلب بشدة ويضاف إليه ٢٠ سم٣ من محلول الأمونيا (وزنها النوعى ٠,٨٨٠) ويقلب بشدة ثانية ليبدأ الترسيب ثم يترك لليوم التالى فى فى حرارة تقل عن ٥° م ويرشح الراسب على ورق ترشيح واتمان رقم ٤٢ أو ما يماثله ويغسل ٤ مرات بمحلول الأمونيا المخففة (١:٣٩) ويستغنى عن الرشيح ومياه الغسل ثم ينقل الراسب إلى كأس الترسيب وتبلل ورقة الترشيح بحمض النتريك المخفف (١ : ١) وتغسل جيدا بالماء وتجمع مياه الغسل فى كأس الترسيب ويذاب الراسب فى حمض النتريك المخفف الساخن (١ : ١) ويخفف بالماء إلى أن يصبح حجم محلوله ٨٠ سم٣ تقريبا ويضاف إليه ١ سم٣ من محلول حديث التحضير من فوسفات الأمونيوم (١٠٪) ثم يبرد المحلول ويجعل قلويا بإضافة محلول الأمونيا (وزنها النوعى ٠,٨٨٠) ويقلب بشدة ثم يضاف إليه ٥ سم٣ أخرى من محلول الأمونيا (وزنها النوعى ٠,٨٨٠) ويقلب بشدة مرة أخرى ويترك لليوم التالى فى حرارة تقل عن ٥° م ثم يرشح الراسب ويغسل جيدا بمحلول الأمونيا المخفف البارد (١ : ٣٩) ويستغنى عن الرشيح ومياه الغسل ثم يحرق الراسب وورقة الترشيح فى بوتقة من البلاتين معلومة الوزن ويكون الحرق أولا عند حرارة

قدرها ١٠٠٠°م لمدة ١٠ دقائق وإلى أن يثبت الوزن ثم يوزن المتبقى على هيئة بيروفوسفات المغنسيوم .

وزن بيروفوسفات المغنسيوم بالجرامات × ٠,٣٦٢٣ = وزن أوكسيد المغنسيوم بالجرامات .

ملحوظة رقم ١ : تتأثر بوتقات البلاتين بشدة أثناء حرق الراسب عند عدم غسله جيدا بمحلول الأمونيا المخففة أو إذا حرق الراسب حرقا شديدا جدا قبل تأكسد جميع الكربون .

ملحوظة رقم ٢ : إذا لوحظ وجود عنصر المنجنيز فى العينة أثناء التحليل فأنه يجب عندئذ تصحيح وزن بيروفوسفات المغنسيوم لأنه يحوى وزن بيروفوسفات المنجنيز فى نفس الوقت فيذاب لذلك فوسفات المغنسيوم وفوسفات المنجنيز فى ٢٠ سم^{٣} من حمض الكبريتيك المخفف (١:١) ويضاف ٢٠سم^{٣} من حمض النتريك (وزنه النوعى ١,٤٢) ويخفف المحلول إلى ٩٠ سم^{٣} بالماء ثم يضاف إليه ٠,٤ جم من فوق يودات البوتاسيوم ويغلى لمدة دقيقة ويترك عند حرارة قدرها ٩٠°م لمدة ١٠ دقائق ثم يبرد ويخفف بالمـاء إلى أن يصبح حجمه ١٠٠ ^{٣} ويقارن لونه باون محاول قياسى من المنجنيز أى نسبة المنجنيز فيه معلومة ويكون محضرا بنفس الطريقة كما يمكن تقدير المنجنيز باستخدام جهاز قياس اللون أو بجهاز الامتصاص ويخصم مقداره من وزن راسب البيروفوسفات الكلى .

تقدير القلويات :

ملحوظة : من الضرورى الاهتمام بتقدير عنصرى الصوديوم والبوتاسيوم الموجودين فى كميتى كربونات الكلسيوم وكلوريد الأمونيوم المستخدمين فى تحديد القلويات بالعينات ويجب استبعاد مقدارى الصوديوم والبوتاسيوم الموجودين بالكاشفين من وزن كل منهما عند تقديرهما فى العينات .

الطريقة :

يطحن مقدار ٠,٥ جم من العينة المسحوقة سحقا ناعما مع ٠,٥ جم من كلوريد الأمونيوم ثم يطحن المخلوط ثانية مع ٣ جرامات من كربونات الكلسيوم فى هون من العقيق ويوضع ٠,٥ جم من كربونات الكلسيوم فى قاع بوتقة من البلاتين (ومن المفضل أن تكون البوتقة من النوع المعروف باسم « لورانس وسميث ») وينقل المخلوط من الهون العقيق الى البوتقة ثم ينظف الهون بمقدار ٠,٥ جم آخر من كربونات الكلسيوم وتنقل هذه الكربونات لتغطية المخلوط المنقول إلى البوتقة ويدمج ما بالبوتقة بدقها برفق وإذا استخدمت بوتقة عادية من البلاتين لعملية الحرق فيجب عندئذ وضعها فى فتحة بلوح من الاسبستوس بحيث يكون نصفها الأسفل تحت لوح الاسبستوس . ثم تغطى البوتقة بغطائها وتسخن تسخينا هينا إلى أن لا تلاحظ رائحة الأمونيا (ويراعى أن تصاعد ثمة أبخرة بيضاء من كلوريد الأمنيوم مما يدل على أن حرارة التسخين عالية جدا) . ثم يسخن لمدة ساعة بحيث

يكون الجزء الأسفل للبوتقة الموجود بها طبقة كربونات الكالسيوم عند درجة قدرها ٨٠٠° م ولكى تصبح القلويات قابلة للذوبان ولتفادى أى فقد لها وأية صعوبة فى استخلاص المخلوط بالماء فانه يجب حرق المخلوط حرقا تاما ولا يجب صهره ثم تترك البوتقة لتبرد وتنقل المادة المتماسكة إلى جفنة من البلاتين أو من الصينى مع استعمال الماء الساخن لغسل البوتقة وتفتت المادة المتماسكة وتترك لمدة ثلاثين دقيقة مع ٨٠ سم٣ تقريبا من الماء الساخن ثم ترشح بعد ذلك على ورق ترشيح واتمان رقم ٤٠ أو ما يماثله ويغسل المتبقى غسلا جيدا مرتين ويصفى كل مرة بنحو ٤٠ سم٣ من الماء الساخن مع مراعاة تقليب المتبقى بالماء فى كل مرة وبعد ذلك ينقل المتبقى إلى ورقة الترشيح ويغسل جيدا بالماء الساخن ويستغنى عنه (علما بأنه يجب أن لا يكون هناك متبق صلب غير قابل للذوبان فى حمض الهيدروكلوريك إذا كانت العينة قد تفككت أى انحلت تماما بوساطة عملية التماسك) ثم يجعل الرشيح حمضيا باضافة حمض الهيدروكلوريك ويسخن إلى ٩٠° م ويضاف اليه ١سم٣ من محلول كلوريد الباريوم (١٠ ٪) وذلك لإزالة أية كبريتات ثم يعادل المحلول تماما بمحلول الأمونيا المخففة (١ : ١) ويضاف اليه ١٠ سم٣ من محلول كربونات الأمونيوم (٢٠ ٪) لترسيب الكالسيوم والباريوم الزائد ويرشح الراسب على ورق ترشيح واتمان رقم ٤٠ أو ما يماثله ويغسل بالماء ثم ينقل الرشيح إلى جفنة من البلاتين ويبخر وبعد ذلك ينقل المتبقى من عملية التبخير إلى كأس الترسيب ويذاب فى

حمض الهيدروكلوريك المخفف (١ : ١) بحيث تكون زيادته طفيفة وتغسل ورقة الترشيح جيداً بحمض الهيدروكلوريك أولا ثم بالماء ثم يسخن المحلول إلى درجة الغليان وترسب كربونات الكلسيوم والباريوم ثانية بمعادلة المحلول تماما بمحلول الأمونيا المخففة (١ : ١) واضافة ١٠ سم٢ من محلول كربونات الأمونيوم (٢٠٪) ويرشح على ورقة ترشيح واتمان رقم ٤٠ أو ما يماثله ويغسل الراسب جيداً بكميات صغيرة من الماء ويستغنى عن الراسب ويضاف الرشيح ومياه الغسل إلى المحلول المعد للتبخير فى الجفنة ويكون التبخير حتى الجفاف وتزال آخر اثار للماء بالتسخين فى فرن التجفيف عند ١٢٠° م لمدة ثلاثين دقيقة وذلك مما يمنع تناثر المادة المتبخرة أثناء اجراء العملية التالية وتسخن المادة المتبقية تسخينا هينا لتتطاير أملاح الأمونيوم ومن المفضل اجراء هذه العملية فى فرن كهربائى عند ٤٥٠° م ويجب عند اجراء التسخين على مصباح بنزن اتخاذ الحيطة فى تفادى التسخين أكثر مما يلزم منعا لأى فقد للفلزات القلوية وتعالج محتويات الجفنة بنحو ٣ سم٢ من محلول أوكسالات الأمونيوم (٤ ٪) ونقطة من الأمونيا (وزنها النوعى ٠,٨٨٠) وذلك لإذابة كلوريدات الفلذات القلوية واترسيب الكلسيوم المتبقى ثم تغطى الجفنة بزجاجة ساعة وتترك لليوم التالى ويرشح ما بها على ورقة ترشيح واتمان رقم ٥٠ أو ما يماثله ويستقبل الرشيح فى جفنة من البلاتين ويغسل الراسب بمحلول أوكسالات الأمونيوم البارد (١ ٪) ويستغنى عن الراسب ثم يبخر الرشيح ومياه الغسل حتى

الجفاف مع مراعاة تغطية الجفنة بزجاجة ساعة إذا لزم الأمر تفاديا لأى فقد إذا ما تناثرت المادة بفعل الحرارة وعند ما يصبح المتبقى تام الجفاف يسخن الى ٤٥٠° م كما سبق شرحه لكى تتطاير أملاح الأمونيوم ثم يبلل ما يتبقى من عملية التبخير بعد أن يبرد ببضع قطرات من حمض الهيدروكلوريك (وزنه النوعى ١,١٦) ويبخر حتى الجفاف ثم يسخن باحتراس الى ٥٥٠° م تقريبا بحيث يكون التسخين عند درجة تقل عن الدرجة التى تسيح فيها كلوريدات الفلزات القلوية وتترك الجفنة لتبرد وتوزن لمعرفة وزنها وما بها من كلوريدات الفلزات القلوية المختلطة ثم يذاب المتبقى فى كمية صغيرة من الماء الساخن وينقل المحلول المتكون الى جفنة صغيرة من الصينى ويحتفظ به لتقدير الصوديوم أو البوتاسيوم ثم تسخن جفنة البلاتين وتبرد بعد ذلك وتوزن ويطرح وزنها من وزنها السابق وبها كلوريدات الفلزات القلوية .

ويجب اذا كان المتبقى غير قابل للذوبان تماما ترشيح الجزء الذى لم يذب وحرقه مع ورقة الترشيح وخصم وزنه من وزن كلوريدات الفلزات القلوية المختلطة .

ويمكن تقدير عنصر الصوديوم أو عنصر البوتاسيوم مباشرة فى محلول كلوريدات الفلزات القلوية المحتفظ به ثم يعين وزن العنصر الآخر من وزن كلوريدات الفلزات القلوية المختلطة .

١ — تعيين أوكسيد البوتاسيوم وتقدير أوكسيد الصوديوم .

ملحوظة : قد تحدث انفجارات خطيرة من جراء تسخين حمض البركلوريك فى وجود عنصر الكربون والمواد العضوية والتراب الخ ويجب لذلك اجراء عمليات التبخير باحتراس فى دولاب غازات نظيف .

١ — تعيين أوكسيد البوتاسيوم .

يضاف ٢ سم٣ من حمض البركلوريك (وزنه النوعى ١٫٢٠) إلى محلول كلوريدات الفلزات القلوية المحتفظ به فى جفنة صغيرة من الصينى ويبخر المحلول على حمام مائى إلى أن تتكون مادة خانقة ذات قوام كالشراب تبرد وتخفف بعشر سنتيمترات مكعبة من الماء وتبخر حتى الجفاف ويبرد المتبقى من عملية التجفيف ويضاف إليه ١٠ سم٣ من مخلوط الكحول « ا » ويقلب جيدا ثم يرشح فى بوتقة من السيليكا مسامية القاع (رقم ٤) ذات وزن ثابت أو على طبقة من الاسبستوس وينقل الراسب إلى البوتقة باستخدام تيار دافق بسيط من مخلوط الكحول « ا » ثم يغسل الراسب ٥ مرات بخمس سنتيمترات مكعبة من هذا المخلوط فى كل مرة ويغسل أخيرا مرتين بخمس سنتيمترات مكعبة من مخلوط الكحول « ب » وتجفف البوتقة لمدة ساعة عند ١٢٠°م ويوزن مابها على هيئة بركلورات البوتاسيوم

بوكل ا٤ بالجرامات × ٠٫٣٣٩٩ = بو٢ا بالجرامات

٢ — تحديد أوكسيد الصوديوم بعد تقدير أوكسيد البوتاسيوم

يمكن بعد معرفة وزن كلوريدات الفلزات القلوية المختلطة ووزن بركلورات البوتاسيوم تحديد وزن أوكسيد الصوديوم بوساطة المعاملين الآتيين :

بوكل ا$_{٤}$ بالجرامات × ٠,٥٣٨١ = بوكل بالجرامات

ص كل بالجرامات × ٠,٥٣٠٣ = ص$_{٢}$ا بالجرامات

(ب) تعيين أوكسيد الصوديوم وتقدير اوكسيد البوتاسيوم .

١ — تعيين أوكسيد الصوديوم — ينقل محلول كلوريدات الفلزات القلوية المختلطة المحتفظ به إلى كأس صغير ثم يبخر حتى الجفاف تماما ويذاب المتبقى من عملية التبخير فى أقل مقدار ممكن من الماء (مقدار قطرتين أو ثلاثة) ثم يضاف اليه ٢٠ سم^{٣} من محلول خلات الأورانيل والمغنسيوم ويقلب ثم يترك ليتركز لمدة ساعة عند حرارة ٢٠°م تزيد أو تنقص بمقدار درجة واحدة ثم يرشح خلال بوتقة من الزجاج مسامية القاع (رقم ٤) وينقل الراسب من الكأس إلى بوتقة الترشيح مع استخدام تيار دافق بسيط من محاول خلات الأورانيل والمغنسيوم ثم يغسل الراسب ٥ مرات بخمس سنتيمترات مكعبة من الكحول المشبع بخلات الأورانيل والمغنسيوم ويتبع ذلك بالغسل مرتين بالأثير بمقدار ٥ سم^{٣} فى كل مرة ويجفف الراسب بعد ذلك لمده ٣٠ دقيقة عند ١١٠°م ويوزن على هيئة خلات الأورانيل والمغنسيوم والصوديوم

ص ما (يو ا$_{٢}$) (ك$_{٢}$ يد$_{٣}$ ا$_{٢}$)$_{٩}$ ، ٦,٥ يد$_{٢}$ ا بالجرامات × ٠,٢٠٥٨ = ص$_{٢}$ا بالجرامات

٢ — تقدير أوكسيد البوتاسيوم بعد تعيين أوكسيد الصوديوم :

يمكن بعد معرفة وزن كلوريدات الفلزات القلوية ووزن خلات الأورانيل والمغنسيوم والصوديوم تقدير وزن أوكسيد البوتاسيوم فى العينة بوساطة المعاملين الآتيين :

ص ما (يد ا$_{٢}$)$_{٣}$ (ك$_{٢}$ يد$_{٣}$ ا$_{٢}$)$_{٩}$ ٦,٥ يد$_{٢}$ ا بالجرامات × ٠,٠٣٨٨ = ص كل بالجرامات.

بوكل بالجرامات × ٠,٦٣١٧ = بو$_{٢}$ ا بالجرامات .

المواد الكيميائية المستخدمة

فى عمليات التحليل الكيميائى الخاصة بالحراريات

يجب أن تكون جميع المواد الكيميائية الكاشفة من النوع الخاص بالتحاليل وأن تكون مضمونة النقاء وأن يكون الماء المقطر هو الماء المستخدم فى جميع عمليات التحليل .

١ — مخلوط الكحول « ا » : يخلط ٩٧ سم^{٣} من الكحول النقى مع ٣ سم^{٣} من الماء ومقدار ٠,٢٥ سم^{٣} من حمض بركلوريك . (وزنه النوعى ١,٢٠) ثم يشبع هذا المخلوط ببركلورات بوتاسيوم .

٢ — مخلوط الكحول « ب » يخلط ٥٠ سم^{٣} من الكحول النقى مع ٥٠ سم^{٣} من الأثير اللامائى .

٣ — كحول مشبع بخلات يورانيل مغنسيوم الصوديوم : ترسب خلات يورانيل مغنسيوم الصوديوم من محلول كلورور الصوديوم ويرج الراسب مع كحول نقى ثم تترك المادة المعلقة جانبا وترشح قبل الاستخدام مباشرة .

٤ — محلول الأمونيا : محلول أمونيا وزنه النوعى ٠,٨٨٠

٥ — محلول الأمونيا (١ : ١) : يخفف ٥٠٠ سم^3 من محلول الأمونيا (وزنه النوعى ٠,٨٨٠) بالماء إلى أن يصبح حجم المحلول لترا واحدا .

٦ — محلول الأمونيا (١ : ٣٩) : يخفف ١٠ سم^3 من محلول الأمونيا (وزنه النوعى ٠,٨٨٠) بالماء إلى أن يصبح حجم المحلول ٤٠٠ سم^3 .

٧ — كربونات الأمونيوم (٢٠ ٪) : يضاف ١٠٠ سم^3 من محلول الأمونيا (وزنه النوعى ٠,٨٨٠) إلى ١٠٠ جرام من كربونيات الأمونيوم ثم يخفف كل ذلك بالماء إلى أن يصبح الحجم ٥٠٠ سم^3 مع مراعاة التقليب إلى أن تذوب الكربونات .

٨ — نترات الأمونيوم (١ ٪) : يخفف ١٠ سم^3 من حمض النتريك (وزنه النوعى ١,٤٢) بالماء إلى ٢٠٠ سم^3 تقريبا ثم يعادل بمحلول الأمونيا (١ : ١) ويخفف بالماء إلى أن يصبح الحجم لترا واحدا مع مراعاة أن يكون المحلول قاويا خفيفا (ويختبر ذلك بأحمر الميثيل) .

٩ ـ أوكسالات الأمونيوم (١٪) : يذاب ١٠ جرامات من أوكسالات الأمونيوم فى الماء وتخفف بالماء الى أن يصبح الحجم ١٠٠ سم^{3} .

١٠ ـ فوسفات الأمونيوم (١٠ ٪) : يراعى دائما أن يكون هذا المحلول حديث التحضير فيذاب جرامان من فوسفات ثنائى الامونيوم الهيدروجينية فى الماء ويخفف محلولها بالماء الى أن يصبح الحجم ٢٠ سم^{3} .

١١ ـ كلوريد الباريوم (١٠ ٪) : يذاب ١٠ جرامات من كلوريد الباريوم فى الماء ثم تخفف بالماء الى أن يصبح الحجم ١٠٠ سم^{3}.

١٢ ـ ماء بروم (مشبع) يرج ٥٠٠ سم^{3} من الماء مع ٢٠ سم^{3} من البروم فى قنينة ذات سدادة من الزجاج .

١٣ ـ حمض الهيدروكلوريك : حمض هيدروكلوريك وزنه النوعى ١,١٦ .

١٤ ـ حمض الهيدروكلوريك (١ : ١) : يخفف ٥٠٠ سم^{3} من حمض الهيدروكلوريك (وزنه النوعى ١,١٦) بالماء إلى أن يصبح حجم المحلول لترا واحدا .

١٥ ـ حمض الهيدروفلوريك : ٤٠ ٪ بالوزن .

١٦ ـ فوق أوكسيد الهيدروجين أو الماء الأوكسيجينى : (٢٠ حجما) .

١٧ ـ خلات يورانيل مغنسيوم (مشبع) :

محلول (ا) : يضاف ٥٧ سم٣ من حمض خليك ثلجى ولتر واحد من الماء إلى ٨٥ جرامات من خلات يورانيل متبلورة .

محلول (ب) : يضاف ٥٧ سم٣ من حمض خليك ثلجى ولتر واحد من الماء إلى ٥٠٠ جرام من خلات مغنسيوم متبلورة .

ويغلى كل من المخلوطين إلى ٧٠°م ويقلبان إلى أن تذوب المواد ثم يخلط المحلولان ا ، ب ويتركان لمدة ١٢ ساعة لكى تنفصل خلات يورانيل المغنسيوم الزائدة . ويجب أساسا أن يكون المحلول مشبعا عند الحرارة التى يجرى فيها التقدير مثلا عند ٢٠° بزيادة أو نقص مقداره درجة واحدة .

١٨ — كاشف أحمر الميثيل : يذاب ١,٠ جم من أحمر الميثيل فى ٦٠ سم٣ من الكحول الصرف ثم يخفف بالماء إلى أن يصبح الحجم ١٠٠ سم٣ .

١٩ — حمض النيتريك : حمض نيتريك وزنه النوعى ١,٤٢ .

٢٠ — حمض النيتريك (١ : ١) : يخفف ٥٠٠ سم٣ من حمض النيتريك (وزنه النوعى ١,٤٢) بالماء إلى أن يصبح الحجم لترا واحدا

٢١ — حمض بركلوريك : وزنه النوعى ١,٢٠ .

٢٢ — ماء غسل كبريتيدى (حمضى) : يضاف ٢٠ سم٣ من حمض كبريتيك (وزنه النوعى ١,٨٤) إلى لتر واحد من الماء ثم يمرر فى المحلول تيار سريع من غاز كبريتور الهيدروجين لمدة ١٠ دقائق .

٢٣ — حمض كبريتيك : وزنه النوعى ١,٨٤ .

٢٤ — حمض كبريتيك (١ : ١٠) : يضاف باحتراس ٥٠٠ سم٣ من حمض كبريتيك (وزنه النوعى ١,٨٤) إلى ٥٠٠ سم٣ من الماء مع مراعاة تبريد المحلول وتقليبه جيدا أثناء إضافة الحمض ثم يخفف المحلول بالماء إلى أن يصبح الحجم لترا واحدا .

٢٥ — حمض كبريتيك (١ : ٩) يضاف باحتراس ١٠٠ سم٣ من حمض كبريتيك (وزنه النوعى ١,٨٤) إلى ٩٠٠ سم٣ من الماء مع مراعاة تبريد المحلول وتقليبه جيدا أثناء اضافة الحمض ثم يخفف المحلول بالماء إلى أن يصبح الحجم لترا واحد .

٢٦ — حمض طرطريك (١٠ ٪) يذاب ١٠ جرامات من حمض الطرطريك فى الماء ثم يخفف المحلول بالماء إلى أن يصبح الحجم ١٠٠ سم٣

٢٧ — حمض الثايوجليوليكاك : ٩٠ ٪ بالوزن .

المحاليل القياسية

١ — محلول حديدى (المحلول الاحتياطى) : يذاب ١,٢٠٧٨ جم من شب الأمونيوم الحديديكى المبلور فى ماء دافىء ويضاف إلى المحلول بعد أن يبرد ٥ سم٣ من حمض كبريتيك (وزنه النوعى ١,٨٤) ثم يبرد ثانية ويخفف بالماء إلى أن يصبح حجم المحلول الحديدى لترا واحدا .

٢ — محلول حديدى « قياسى » : يخفف ٢٥ سم٣ من المحلول الحديدى الاحتياطى بالماء إلى أن يصبح الحجم لترا واحدا . يحوى كل ١ سم٣ من المحلول المخفف ٠,٠٠٥ ملجم من أوكسيد حديديك .

٣ — برمنجنات بوتاسيوم : يذاب ٠,٨ جم تقريبا من برمنجنات

بوتاسيوم فى ٢٥٠ سم٣ من الماء للحصول على محلول قوته ١,٠ع تقريبا ثم يغلى هذا المحلول لمدة ٥ دقائق ويرشح فى بوتقة من الزجاج مسامية القاع ويخفف بالماء بعد أن يبرد إلى أن يصبح الحجم ٢٥٠ سم٣ثم يقوم بأوكسالات الصوديوم وتخفف أجزاء منه حسب الحاجة للحصول تماما على محلول برمنجنات قوته ٠,٢ع . ويحتفظ بمحلول البرمنجنات فى قنينة ملونة ذات سدادة من الزجاج .

٤ — محلول تيتينيوم (المحلول الاحتياطى) : تبخر أوكسالات تيتانيل بوتاسيوم حتى الجفاف تقريبا مع حمض كبريتيك (وزنه النوعى ١,٨٤) ويستخلص المتبقى بالماء ويغلى لكى تتميأ كبريتات التيتانيوم ثم ترشح ويغسل الراسب بالماء إلى أن يتخلص من الكبريتات ثم يحرق ليتحول إلى أوكسيد تيتينيوم ويصهر بعد ذلك جرام واحد من أوكسيد التيتينيوم النقى مع ١٠ جم من بيروكبريتات بوتاسيوم ثم يذاب فى ٢٠٠ سم٣ من ماء به ٢٠ سم٣ من حمض كبريتيك (وزنه النوعى ٠,٨٤) ثم يبرد ويخفف المحلول بالماء إلى أن يصبح الحجم لترا واحدا .

٥ — محلول تيتينيوم « قياسى » : يخفف ١٠ سم٣ من محلول التيتينيوم الاحتياطى بالماء عند اللزوم إلى أن يصبح الحجم ١٠٠سم٣ يحوى كل ١ سم٣ من هذا المحلول المخفف ٠,١ ملجم من أوكسيد التيتينيوم .